

中华人民共和国能源行业标准

NB/T XXXXX—XXXX

地热流体化学和同位素分析测试规范

Analysis Standards for chemistrical and isotopic compositions of geothermal fluids

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家能源局

发布

目 次

前 言 VII

1 适用范围 1

2 基本原理 1

3 材料和仪器设备 1

4 试剂 1

5 分析方法 2

6 质量保证和控制 3

1 适用范围 4

2 基本原理 4

3 材料和仪器设备 4

4 试剂 4

5 分析方法 5

6 质量检验或控制 5

1 适用范围 7

2 基本原理 7

3 材料和仪器设备 7

4 试剂 7

5 分析方法 8

6 质量保证和控制 8

1 适用范围 10

2 基本原理 10

3 材料和仪器设备 10

4 试剂 10

5 分析方法 11

6 质量保证和控制 11

1 适用范围 13

2 基本原理 13

3 材料和仪器设备 13

4 试剂 13

5	分析方法	14
6	质量保证和控制	14
1	适用范围	16
2	基本原理	16
3	材料与仪器设备	16
4	试剂	16
5	分析方法	17
6	质量保证和控制	17
1	适用范围	18
2	基本原理	18
3	材料和仪器设备	18
4	试剂	18
5	分析方法	19
6	质量保证和控制	20
1	适用范围	22
2	基本原理	22
3	材料和仪器设备	22
4	试剂	22
5	分析方法	23
6	质量保证和控制	24
1	适用范围	25
2	基本原理	25
3	材料与设备	25
4	试剂	25
5	分析方法	26
6	质量保证和控制	26
1	适用范围	28
2	基本原理	28
3	材料与仪器设备	28
4	试剂	28
5	分析方法	29
6	质量保证和控制	29
1	适用范围	30
2	基本原理	30

3 材料与仪器设备 30

4 试剂 30

5 分析方法 31

6 质量保证和控制 31

1 适用范围 33

2 基本原理 33

3 材料与设备 33

4 试剂 33

5 分析方法 34

6 质量保证和控制 34

1 适用范围 35

2 基本原理 35

3 材料和仪器设备 35

4 试剂 35

5 分析方法 36

6 质量保证和控制 36

1 适用范围 37

2 基本原理 37

3 材料和仪器设备 37

4 试剂 37

5 分析方法 38

6 质量检验或控制 38

1 适用范围 40

2 基本原理 40

3 材料和仪器设备 40

4 试剂 40

5 分析方法 41

6 质量保证和控制 42

1 适用范围 43

2 基本原理 43

3 材料和仪器设备 43

4 试剂 43

5 分析方法 44

6 质量保证和控制 44

1 适用范围 45

2 基本原理 45

3 材料和仪器设备 45

4 试剂 45

5 分析方法 45

6 质量保证和控制 46

1 适用范围 47

2 基本原理 47

3 材料和仪器设备 47

4 试剂 47

5 分析方法 48

6 质量保证和控制 48

1 适用范围 49

2 基本原理 49

3 材料和仪器设备 49

4 试剂 49

5 分析方法 50

6 质量保证和控制 50

1 适用范围 51

2 基本原理 51

3 材料和仪器设备 51

4 试剂 51

5 分析方法 52

6 质量保证和控制 52

1 适用范围 54

2 基本原理 54

3 材料和仪器设备 54

4 试剂 54

5 分析方法 55

6 质量保证和控制 55

1 适用范围 57

2 基本原理 57

3 材料和仪器设备 57

4 试剂 57

5 分析方法 58

6 质量保证和控制 59

1 适用范围 60

2 基本原理 60

3 材料和仪器设备 60

4 试剂 60

5 分析方法 61

6 质量保证和控制 63

地热流体化学和同位素分析测试规范

Analysis Standards for chemistrical and isotopic compositions of geothermal fluids

第 3 部分-地热水化学测试

3.1 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻和SO₄²⁻的测定-离子色谱法

Determination of F⁻、Cl⁻、NO₃⁻ and SO₄²⁻ -Ion Chromatography

（修改自《DZ/T 0064.9-2021》）

1 适用范围

- 1.1 本方法规定了利用离子色谱法测定地下水中氯化物、氟化物、硝酸盐和硫酸盐含量。
- 1.2 本方法适用于地热流体 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻和 SO₄²⁻的测定。
- 1.3 本方法在进样量 50 μL 时， F⁻、Cl⁻、NO₃⁻和 SO₄²⁻的检出限、定量限和测定范围见表 1。

表1 检出限、定量限及测定范围

测定元素	检出限 mg/L	定量限 mg/L	测定范围 mg/L
Cl ⁻	0.06	0.5	0.5~50.0
F ⁻	0.03	0.1	0.1~20.0
NO ₃ ⁻	0.02	0.1	0.1~50.0
SO ₄ ²⁻	0.1	0.3	0.3~50.0

2 基本原理

水样中待测离子随淋洗液进入离子色谱交换柱系统（一般由保护柱和分离柱组成），根据分离柱对各离子的不同的亲和度进行分离，已分离的离子流经抑制器（或抑制柱），背景电导被降低，离子信号得到增强，最后经过电导检测器检测，以保留时间定性，以峰高或峰面积定量。

3 材料和仪器设备

- 3.1 200mL、1000mL、4000mL 容量瓶
- 3.2 聚乙烯塑料瓶
- 3.3 天平
- 3.4 烘箱
- 3.5 离子色谱仪
- 3.6 阴离子保护柱及分析柱
- 3.7 阴离子抑制器

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

4.1 去离子水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 Cl^- 标准储备溶液 [$\rho(\text{Cl}^-)=1\ 000.0\ \text{mg/L}$]：称取在 $500\ ^\circ\text{C}$ 灼烧 1 h 的氯化钠 (NaCl) 0.3297 g，溶于少量纯水中，移入 200 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

4.3 F^- 标准储备溶液 [$\rho(\text{F}^-)=1\ 000.0\ \text{mg/L}$]：称取干燥的氟化钠 (NaF) 0.4420 g，溶于少量纯水中，移入 200 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度，然后转移至聚乙烯瓶中保存。

4.4 NO_3^- 标准储备溶液 [$\rho(\text{NO}_3^-)=1\ 000.0\ \text{mg/L}$]：称取在 $100\ ^\circ\text{C}$ 烘干 1 h 的硝酸钾 (KNO_3) 0.3261 g，溶于少量纯水中，移入 200 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

4.5 SO_4^{2-} 标准储备溶液 [$\rho(\text{SO}_4^{2-})=1\ 000.0\ \text{mg/L}$]：称取在 $100\ ^\circ\text{C}$ 烘干 1 h 的硫酸钾 (K_2SO_4) 0.3628 g，溶于少量纯水中，移入 200 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

4.6 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 混合标准使用溶液 [$\rho(\text{B}^-)=100.0\ \text{mg/L}$]：分别吸取 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 标准储备液 (4.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6) 100.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

4.7 碳酸氢钠 [$c(\text{NaHCO}_3)=1.7\ \text{mmol/L}$]—碳酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=1.8\ \text{mmol/L}$] 混合淋洗液：称取 0.5712 g 碳酸氢钠 (NaHCO_3) 和 0.7632 g 碳酸钠 (Na_2CO_3)，溶于纯水中，并用纯水稀释到 4 000 mL。

5 分析方法

5.1 启动仪器，按仪器工作条件将仪器调整好，待基线稳定后，用注射器或自动进样器注入过量水样（大于定量环体积 3 倍以上），待各离子出峰完成后，即可进行下一个样品的测定。根据软件记录的各离子的峰面积（或峰高），从校准曲线上求得各离子的含量。

5.2 绘制标准曲线：

5.2.1 Cl^- ：0 mg/L, 0.50 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L, 10.00 mg/L, 20.00 mg/L 和 50.00 mg/L；

5.2.2 F^- ：0 mg/L, 0.10 mg/L, 0.30 mg/L, 0.50 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L 和 10.00 mg/L；

5.2.3 NO_3^- 计：0 mg/L, 0.10 mg/L, 0.50 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L, 10.00 mg/L, 20.00 mg/L 和 50.00 mg/L；

5.2.4 SO_4^{2-} ：0 mg/L, 0.30 mg/L, 0.50 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L, 10.00 mg/L, 20.00 mg/L 和 50.00 mg/L。

5.3 以各离子的质量浓度为横坐标，峰高或峰面积为纵坐标绘制校准曲线。

5.4 试验数据处理

按式 (1) 计算 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 的质量浓度。

$$\rho(\text{B}) = \rho_1 \times D \quad (1)$$

$\rho(\text{B})$ -水样中各离子的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

ρ_1 -从校准曲线上查得的各离子的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

D -样品稀释倍数。

6 质量保证和控制

6.1 标准曲线一般应为一次线性曲线且过原点，线性相关系数应大于 0.995。

6.2 每批样品（一般 20 个样品为一批）至少做 1 个空白试验，结果应小于分析方法的定量限。

6.3 每测定 10 个样品后，需要测定标准系列中中间溶液，测定结果的相对偏差小于 5%，否则应重新绘制校准曲线。

6.4 每批样品至少抽取 20%的试样做加标回收实验，分析结果需符合 DZ/T 0130 中“水样分析”部分准确度控制的规定。

6.5 每批样品随机抽取 20%的试样作为检查分析样，分析结果需符合 DZ/T 0130 中“水样分析”部分精密度控制的规定。

3.2 F⁻含量的测定-离子选择电极法

Determination of F⁻、Cl⁻、NO₃⁻ and SO₄²⁻ - Ion selective electrode method

1 适用范围

- 1.1 本方法应用离子选择电极测定水样中的可溶氟。
- 1.2 本方法可测定范围是 0.25 至 50mg/L。
- 1.3 应用氟离子选择电极，参比电极和离子计来确定氟的浓度，可直接读出测试结果。
- 1.4 氟电极由氟化镧晶体组成，它产生的电极电位和溶液中氟离子的水平一致。铝、铁等金属离子与氟生成络合物干扰氟的测定，缓冲溶液（TISAB 离子强度调节剂）更易与这些金属离子生成络合物防止干扰。

2 基本原理

氟化镧单晶电极对氟化物离子有选择性响应，以氟电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，放入被测溶液中，组成一测量电池，其电位值与溶液中氟离子活度的对数值呈线性关系，借此可测定氟化物的含量。

3 材料和仪器设备

- 3.1 烧杯，50 mL
- 3.2 移液管，20 mL
- 3.3 组合氟电极
- 3.4 磁力搅拌器
- 3.5 离子计
- 3.6 6mm 厚的软木板，隔热屏

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

- 4.1 去离子水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.2 TISAB：总离子强度缓冲剂
- 4.3 TISAB II：在 1 L 烧杯中大约加入 500 mL 去离子水，加入 57 mL 冰醋酸，58 g 氯化钠 NaCl，和 4g 1,2-环己二胺四乙酸(DCTA)或 EDTA 乙二胺四乙酸二钠盐，搅拌，在水中冷却，插入 pH 电极，不停

搅拌缓慢加入大约 5M 的 NaOH 溶液直至 pH 值为 5.0–5.5，冷却至室温转移至 1L 容量瓶，用去离子水稀释至刻度，市售商品溶液也可用于此方法。

4.4 **TISAB III**：制备 1000mL，加入 385mL 冰醋酸，290g 氯化钠 NaCl，和 20 g DCTA 加入到 150mL 去离子水中，以下同 **TISAB II** 制备。

4.5 氟标准溶液 1000mg/L F：称取 2.210g 氟化钠 NaF AR，溶于少量去离子水，以去离子水稀释至 1 升，也可以用市售商品配置合适的标准。

4.6 氟标准溶液 100mg/L 和 10mg/L Cl：取氟标准溶液 1000mg/L F 100mL 用去离子水稀释至 1 升。氟工作溶液（0.5、5、50 mg/L）吸取 0.5、5、50 mL 100 mg/L F 溶液于 100mL 容量瓶中以去离子水稀释至刻度，摇匀。

5 分析方法

5.1 参考仪器操作手册，使离子计最佳化，用工作标准校正仪器。如果样品浓度超出校准范围，仪器要再次校正。

5.2 取 20mL 水样加入到 50mL 烧杯里。

5.3 加入 TISAB 溶液（1：1 对 **TISAB II** 或 1：10 对 **TISAB III**），插入氟电极，连续搅拌。

读数稳定后，从仪器直接读数。

5.4 以 mg/L 报告报告氟浓度。对稀释样品以原始读数 $\text{mg/L F} \times \text{稀释因子}$ 。

6 质量检验或控制

6.1 每分析一批样品要带控制标准和管理样（包括稀释样品）。每分析 5 个样品后（或一批样品少于 5 个）要检查控制标准和管理样，检查的控制标准应该是校正标准中的一个，制备双份。检查结果允许误差应是已知浓度或期望浓度的否则整批样品要重做。

6.2 标准浓度要涵盖样品浓度，样品浓度应在工作曲线范围，尤其是高浓度。分析样品前检查校正曲线斜率，建议在 -54 至 -60mv 之间。

6.3 分析重复样品，可接受的差值为 $\pm 5\%$ 。

6.4 每分析 5 个样品后（或一批样品少于 5 个），抽出一个做标准加入回收，回收率应在加入回收率应在 95–105% 之间。否则样品应该重测。

6.5 如果有稀释的样品，要乘以稀释因子。

6.6 确保工作溶液标定准确

6.7 分析样品前要先检查标准溶液和管理样；测完 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，都应检查标准和管理样。管理样测定值和参考值偏差允许 5%，每批样品要做重复检查。

6.8 每 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，要做 1 个重复检查，重复检查的偏差允许 $\pm 5\%$ 。

每 10 个（或一批即使少于 10 个）样品中要抽出 1 个做标准加入回收。加入回收率在 95–105% 之间。

否则样品应该重测。

3.3 Cl⁻含量的测定-银量滴定法

Determination of Cl⁻ - Argentometric titration

1 适用范围

1.1 本方法适用于用低-高矿化度地热水中 Cl⁻ 含量的测定。

1.2 本方法以硝酸银滴定为基础。氯离子与银离子反应后生成难溶于水的氯化银。当有多余的银离子再与铬酸钾指示剂反应生成红色铬酸银沉淀，滴定终点为橙红色。

1.3 本方法可分析 5-150000mg/L 的氯。样品可依据不同浓度的滴定液测定。

1.4 硫化物、溴化物、碘化物、硫氰酸盐、氰化物、亚硫酸盐、碳酸盐、氢氧化物和铁离子对本方法有干扰。硫化物、亚硫酸盐和硫酸盐经过过氧化处理其影响可以消除，溴化物、碘化物因其数量与氯相比很小，所以不必处理。必要时提高 pH 值，一些物质的氢氧化物，包括铁可以被沉淀。铁、钡、铅和铋与铬酸盐指示剂生成沉淀。

2 基本原理

银离子与氯离子作用生成氯化银沉淀，当有铬酸钾指示剂存在时，银离子与氯离子反应后，过量的银离子即与铬酸根反应，生成红色铬酸银沉淀，根据硝酸银溶液的消耗量可计算氯离子的含量。

3 材料和仪器设备

3.1 滤纸 20-25 μm

3.2 烧杯，150mL

3.3 滴定管

3.4 移液管，10，20，50 mL

3.5 自动或数字滴管

3.6 磁力搅拌器

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

4.1 去离子水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 0.1N 硝酸银溶液，用于高浓度氯离子：称取 16.987g 分析纯 AgNO_3 , AR, 溶于 1 升去离子水中，标定，也可以选用市售商品 1 安瓿瓶 0.1N 硝酸银，用去离子水配置为 1 升，标定，储存于棕色瓶中。

4.3 0.01N 硝酸银溶液，用于低浓度氯离子：称取 1.699g 分析纯 AgNO_3 , AR, 溶于 1 升去离子水中，标定，也可以用 100mL 0.1N 硝酸银用去离子水配置为 1 升，标定，储存于棕色瓶中。

4.4 硝酸溶液 HNO_3 ：取 1 个体积的硝酸 HNO_3 加入到 19 个体积的去离子水中。

4.5 氯标准溶液 1000mg/L Cl^- ：用于 0.1N 硝酸银：称取 1.65g 氯化钠 NaCl , AR, (110°C 干燥 1 小时)，溶于少量去离子水，加入 2mL 硝酸，以去离子水稀释至 1 升，也可以用市售商品配置合适的标准。

4.6 氯标准溶液 100mg/L 和 10mg/L Cl^- ：用于 0.01N 硝酸银：用氯标准溶液 1000mg/L Cl^- 稀释，也可以用市售商品配置合适的标准。

4.7 碳酸氢钠， NaHCO_3 , AR 或碳酸钙 CaCO_3 , AR

4.8 铬酸钾指示剂：溶解 50g 铬酸钾 K_2CrO_4 溶于少量去离子水中，在不断搅拌下，慢慢滴入硝酸银标准溶液，至产生砖红色沉淀，静置 12 小时，过滤，将用去离子水滤液稀释至 1 升。

5 分析方法

5.1 高含量氯：吸取 20mL 氯标准溶液 1000mg/L，置于 150mL 烧杯中，用 0.1N 硝酸银溶液标定。

5.2 低含量氯：吸取 100mL 氯标准溶液 100mg/L，置于 150mL 烧杯中，用 0.01N 硝酸银溶液标定。

5.3 加入 1mL 铬酸钾指示剂，1g 碳酸氢钠粉末， NaHCO_3 , AR 或碳酸钙 CaCO_3 , AR，在不断搅拌下用硝酸银滴定至出现稳定的淡黄色即为终点，记录所用滴定液体积。

5.4 过滤水样，清除不溶物或悬浮物。

5.5 吸取 5 至 10mL 水样于 150mL 烧杯中，按 Cl^- 含量在 0.15 至 10mg 选择合适硝酸银溶液滴定。

5.6 加入 1mL 铬酸钾指示剂

5.7 在不断搅拌下用硝酸银滴定至出现稳定的淡黄色即为终点，记录所用滴定液体积。

记录所用标准溶液体积，以 mg/L 计算氯离子浓度。

5.8 Cl^- 含量计算

$$\text{mg/L} = 35.453 \cdot V \cdot N / S$$

式中：V = mL 所消耗硝酸银溶液的体积；N = 硝酸银溶液的摩尔数；S = 每份样品的体积

6 质量保证和控制

6.1 确保工作溶液标定准确

6.2 分析样品前要先检查标准溶液和管理样；测完 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，都应检查标准和管理样。管理样测定值和参考值允许 $\pm 5\%$ ，每批样品要做重复检查。

6.3 每 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，要做 1 个重复检查，重复检查的偏差允许 $\pm 5\%$ 。

6.4 每 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，要做 1 个标准加入回收，标准加入回收率应在 95-105% 之间。否则样品应该重测。

3.4 NO₃-含量的测定-二磺酸酚分光光度法

Determination of nitrate —Phenol disulfonic acid sepectrophotometry

(引自《DZ/T 0064.9—2021》)

1 适用范围

- 1.1 本规范采用二磺酸酚分光光度法测定地下水中硝酸盐的方法。
- 1.2 本方法定量限为 0.8mg/L，测定范围为 0.8 mg/L～20 mg/L (以 NO₃-计)。含量高于此范围可稀释后测定。

2 基本原理

在无水情况下，二磺酸酚与硝酸盐作用，生成硝基二磺酸酚，在碱性介质中发生分子重排，生成黄色化合物，其吸光度在一定范围内与硝酸盐的质量浓度成正比。

3 材料和仪器设备

- 3.1 分光光度计。
- 3.2 电热板。
- 3.3 水浴锅。

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

- 4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.2 硫酸银溶液 (4.40 g/L)：称取 4.4000 g 硫酸银 (Ag₂SO₄) 溶于纯水中，移入 1 000 mL 棕色容量瓶中定容。
- 4.3 硫酸 ($\rho_{20}=1.84$ g/mL)。
- 4.4 碳酸钠溶液 (10 g/L)。
- 4.5 二磺酸酚溶液：称取结晶酚 (C₆H₅OH) 15 g 于 250 mL 三角瓶中，加入硫酸 (4.3) 105 mL，于瓶口放一支短颈漏斗，在水浴上加热，直至生成浅棕色稠状液。保存在棕色玻璃瓶中。

注1：市售酚试剂不纯时按下法提纯：将盛苯酚的瓶子置于温水中使苯酚融化，取出适量苯酚放入蒸馏瓶中加热蒸馏。开始馏出的液体弃去，收集182℃～184℃的馏出液（冷却后应为无色纯净的晶体），盛装在磨口玻璃瓶中，于暗处保存。

- 4.6 乙二胺四乙酸二钠 (Na₂EDTA) 溶液 (20 g/L)。

4.7 氢氧化钾溶液[$c(\text{KOH})=10 \text{ mol/L}$]：称取 560 g 氢氧化钾(KOH)溶于 1 000 mL 纯水中。

4.8 硝酸盐标准储备溶液[$\rho(\text{NO}_3^-)=1\,000.0 \text{ mg/L}$]：称取经 105 °C 烘干的硝酸钾(KNO_3 ，优级纯) 1.6310 g 于小烧杯中，用纯水溶解后转入 1 000 mL 容量瓶中定容。

4.9 硝酸盐标准使用溶液[$\rho(\text{NO}_3^-)=100.0 \text{ mg/L}$]：吸取硝酸盐标准储备溶液(4.8) 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用纯水定容。

5 分析方法

5.1 当水样中氯离子含量小于 30 mg/L 时，可直接取 25.0 mL 原水样于 50 mL 烧杯中，滴加碳酸钠溶液(4.4)至碱性，于电热板上加热蒸干，取下冷却至室温。

5.2 加二磺酸酚溶液(4.5) 2 mL，充分搅拌使干涸物溶解，放置 10 min 后，将溶液洗入 50 mL 容量瓶中。

5.3 入乙二胺四乙酸二钠溶液(4.6) 2 mL，摇匀。

5.4 加氢氧化钾溶液(4.7)至黄色(或至碱性)并过量 1 mL。用纯水定容。

5.5 于分光光度计 420 nm 波长处，以试剂空白作参比，1 cm 比色皿测其吸光度。

注2：若氯离子含量大于30 mg/L时，取25.0 mL水样于50 mL烧杯中，根据已测出的氯离子含量加入相应的硫酸银溶液(4.2)于电热板上微热，使氯化银凝聚，过滤于50 mL烧杯中，用纯水洗涤沉淀4次~5次，收集滤液按试验步骤进行。

5.6 空白试验，取 25.0 mL 纯水代替水样于 50 mL 烧杯中，以下同步骤 5.1~5.5。

5.7 校准曲线的绘制：吸取硝酸盐标准使用溶液(4.9) 0 mL，0.20 mL，0.50 mL，1.00 mL，3.00 mL 和 5.00 mL 于一系列 50 mL 烧杯中，以下步骤按 6.1 进行。此标准系列中硝酸盐(以 NO_3^- 计)的质量分别为 0 μg ，20.0 μg ，50.0 μg ，100.0 μg ，300.0 μg 和 500.0 μg 。以硝酸盐质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5.8 按公式(1)计算硝酸盐(以 NO_3^- 计)的质量浓度：

$$\rho_{(\text{NO}_3^-)} = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中： $\rho(\text{NO}_3^-)$ -水样中硝酸盐(以 NO_3^- 计)的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

m -从校准曲线上查得的硝酸盐质量，单位为微克(μg)；

V -所取水样的体积，单位为毫升(mL)。

6 质量保证和控制

6.1 每测定 10 个样品后，需要测定标准系列中中间溶液，测定结果的相对偏差应小于 5%，否则应重新绘制校准曲线。

6.2 每批样品至少抽取 20%的试样做加标回收实验，分析结果需符合 DZ/T 0130 中“水样分析”部分准确度控制的规定。

6.3 每批样品随机抽取 20%的试样作为检查分析样，分析结果需符合 DZ/T 0130 中“水样分析”部分精密密度控制的规定。

3.5 SO₄²⁻含量的测定—铬酸钡溴酚蓝间接光度法

Determination of sulfate —photometric method of barium chromate bromophenol blue

1 适用范围

1.1 本方法适用于水样中浓度为 20–100mg/L 的硫酸根的测定。稀释样品可以扩大应用范围。

1.2 样品酸化可以消除碳酸根和硫离子的干扰。

2 基本原理

硫酸根与铬酸钡反应生成难溶于水的硫酸铬，被释放的铬离子在385nm用光度计测定。

3 材料和仪器设备

3.1 紫外-可见分光光度计

3.2 水浴锅

3.3 比色管，50mL

3.4 容量瓶，50 mL

3.5 移液管，10 mL

3.6 滤纸

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 冰醋酸，AR, C₂H₄O₂

4.3 碳酸钙 AR, CaCO₃

4.4 浓氨水 AR, NH₄OH

4.5 1N 盐酸 HCl：用二次去离子水稀释 82.6mL 浓盐酸 HCl 至 1L 或稀释市售一安瓿瓶 1N 盐酸 HCl 于 1L。

4.6 0.02N 盐酸 HCl：用二次去离子水稀释 20mL 1N 盐酸 HCl 于 1L。

1N (mol/l)氢氧化钠 NaOH 储备液：称取 40.08g 氢氧化钠 NaOH 溶于 1L 去离子水中。也可以购买市售商品溶于 1L 容量瓶中制备。

- 4.7 0.02N (mol/l) 氢氧化钠 NaOH 溶液：用去离子水稀释 20mL1N (mol/l) 氢氧化钠 NaOH 储备液至 1L。
- 4.8 2.5% (w/v) 铬酸钡 BaCrO₄ 悬浮液：混合 10mL1N 盐酸 HCl，3 mL 冰醋酸稀释至 100mL。
- 4.9 加入 2.5g，铬酸钡 BaCrO₄AR. 储存于聚乙烯容器。
- 4.10 45%氨-钙溶液，NH₃-Ca 溶液：溶解 0.25g 碳酸钙 CaCO₃，AR 于最小体积的 1N 盐酸 HCl 中，煮沸逐出二氧化碳 CO₂，加入 45mL 浓氨水，稀释至 100mL。现用现配，出现白色絮状沉淀，要重新配置。
- 4.11 无水乙醇，AR, C₂H₆O。
- 4.12 溴酚蓝指示剂, AR: 溶解 0.05g 粉末状溴酚蓝于 20mL 无水乙醇中，以二次去离子水稀释至 100mL。
- 4.13 工作标准溶液：至少准备含盖样品预期浓度的 4 个标准溶液。

5 分析方法

- 5.1 吸取 10 或 20mL 标准或样品于 50mL 玻璃容量瓶中。
- 5.2 以 20mL 二次去离子水按同样方法配置试剂空白。
- 5.3 加入 2-3 滴溴酚蓝指示剂，滴加 0.02N 盐酸 HCl 调为黄色，摇匀。
- 5.4 用 0.02N (mol/l) 氢氧化钠调为微蓝色，摇匀。
- 5.5 加入 2mL 铬酸钡 BaCrO₄ 悬浮液，摇匀，静置 5 分钟。
- 5.6 加入 0.5mL NH₃-Ca 溶液，摇匀。
- 5.7 加入 5mL 乙醇，用二次去离子水稀释至刻度。
- 5.8 盖住瓶塞，充分摇匀，松开塞，释放压力。
- 5.9 盖住瓶塞，在 80℃水浴加热一小时。
- 5.10 冷却，摇匀。把溶液滤入 50mL 烧杯（注意用滤液漂洗烧杯）。
- 5.11 以试剂空白为参比，在 385nm 处测吸光度。
- 5.12 浓度计算

浓度直读或以标准曲线法计算硫酸根浓度 mg/L，如果是稀释样品应乘以稀释因子。

6 质量保证和控制

- 6.1 分析过程中一直要带试剂和样品空白。
- 6.2 样品浓度应在曲线工作范围内。必要时稀释样品。
- 6.3 吸光度应在可接受的范围内，参照仪器操作手册。
- 6.4 检查线性关系。曲线相关系数 $r^2 \geq 0.999$

- 6.5 确信吸光度与标准浓度值比要在 95%的置信区间内，若某一点标准超出可接受范围，则该点需要舍弃。
- 6.6 分析样品前要先做空白和控标或标准标样，控标和校正标准要分别制作。控标的误差不应超过 $\pm 5\%$ 。
- 6.7 重复样偏差不应超过 $\pm 5\%$ 。必要时稀释样品。分析样品前要先做空白和管理标准/监控样。
- 6.8 每 5 个样品（或一组即使少于 5 个），都应检查空白和控标/标样。检查的标准应选自校正曲线。可接受的差别在 $\pm 5\%$ 以内。如果超差所有样品要重做。
- 6.9 每 5 个样品（或一组即使少于 5 个）要抽出一个做标准加入回收。加入回收率在 95–105%之间。否则整批样品重测。

3.6 SO₄²⁻含量的测定—比浊法

Determination of sulfate —turbidimetric method

1 适用范围

- 1.1 本部分规定了利用比浊法测定地下水中硫酸盐浓度。
- 1.2 本法适宜测定未经处理地热水样品中浓度为 0–40mg/L 的硫酸根。

2 基本原理

硫酸根与氯化钡定量沉淀，据此可以测定硫酸根。因为区分硫酸钡的混浊度可以定量地确定硫酸根在水样中的比例，所以依据混浊度的数值可以定量测定硫酸根的浓度。

3 材料与仪器设备

- 3.1 磁力搅拌器
- 3.2 浊度计
- 3.3 计时器或电子钟
- 3.4 定量匙
- 3.5 容量瓶，100mL，
- 3.6 移液管，1，2，5，10 和 20 mL
- 3.7 锥型瓶，250 mL

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

- 4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.2 氯化钡晶体 BaCl₂：干燥 24 小时然后，过 20–30 目筛
- 4.3 缓冲液 A（用于硫酸根 SO₄²⁻浓度大于 10 mg/L）：溶解 30.0g 氯化镁（MgCl₂·6H₂O），5.0g 醋酸钠（CH₃COONa·3H₂O），1.0g 硝酸钾（KNO₃），20mL 醋酸（CH₃COOH–99%）于 500mL 去离子水中，稀释至 1L。
- 4.4 缓冲液 B（用于硫酸根 SO₄²⁻浓度小于 10 mg/L）：溶解 30.0g 氯化镁（MgCl₂·6H₂O），5.0g 醋酸钠（CH₃COONa·3H₂O），1.0g 硝酸钾（KNO₃），20mL 醋酸（CH₃COOH–99%）和 0.111g 硫酸钠（Na₂SO₄）于 500mL 去离子水中，稀释至 1L。
- 4.5 硫酸根标准溶液 100 mg/L：溶解 0.1479g 无水硫酸钠 Na₂SO₄于去离子水中，稀释至 1L。

4.6 工作标准溶液：（0 至 40mg/L）至少制备 4 个标准溶液，要能够含盖样品浓度。

5 分析方法

5.1 配备 100mL 至 250mL 锥形瓶，测量 100mL 样品或合适的量，加入 20mL 缓冲溶液，搅拌中加入一定量氯化钡晶体（大约 0.352g），开始计时 60 ± 2 秒。

5.2 将溶液倒入浊度计的吸收池内测量混浊度 5 ± 0.5 分钟。

5.3 重复上述步骤，制备校正曲线，标准由 0-40mg/L 浓度范围的硫酸根 SO_4^{2-} 。

5.4 参照校正曲线计算硫酸根 SO_4^{2-} 浓度 mg/L；如果是稀释样品应乘以稀释因子。

6 质量保证和控制

6.1 重复样偏差不应超过 $\pm 5\%$ 。

6.2 分析过程中要一直带试剂和样品空白。

6.3 标准浓度应含盖样品浓度，样品浓度应在曲线工作范围内，必要时可以稀释样品。检查校正曲线的相关性， $r^2 \geq 0.999$

3.7 HCO₃⁻、CO₃²⁻和总CO₂测定-电位滴定法

Determination of bicarbonate, carbonate and CO₂—Potentiometric titration

1 适用范围

1.1 这个方法应用于硫化物和亚硫酸盐含量低的地热水样和地下水样。主要是碱度滴定，并校正了其他弱酸的影响，包括硼酸、硅酸和铵根离子。

1.2 该方法的范围是 HCO₃⁻含量为 5~500mg/L，对于 HCO₃⁻含量超过 500mg/L 的水样，可以用相应浓度高的 HCl/NaOH。

1.3 需要分析无空气的水样避免来自大气的 CO₂吸附导致的干扰。

1.4 滴定前应该加入硝酸银（AgNO₃）来去除 H₂S 干扰。

2 基本原理

HCO₃⁻、CO₃²⁻和总CO₂的含量分布受水样pH值和温度的控制，根据不同pH值条件下其分布特征，采用标准盐酸滴定的方法确定HCO₃⁻、CO₃²⁻和总CO₂的含量。

3 材料和仪器设备

3.1 pH/mV 表

3.2 pH 探头

3.3 自动或者电子化的滴定管

3.4 磁性搅拌器

3.5 150mL 烧杯

3.6 压缩空气或者氮气

3.7 50mL 移液管

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 0.10N AgNO₃：将 16.987gAgNO₃，AR 级别，溶解于 1 升去离子水中；

1 N NaOH溶液：将40.08gNaOH溶解于1 升去离子水中，或者将已有的1安剖1 N NaOH标准液稀释于1 升的容量瓶中；

4.3 0.02 N NaOH 试剂：用蒸馏水将 20mL 1N NaOH 溶液稀释至 1 升，用 $\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4$ 标准化。

4.4 1.0 N HCl 溶液：将 82.6mL 一定浓度的 HCl 稀释到 1 升或者用去离子水将 1 安剖 1 N HCl 标准溶液至 1 升容量瓶中；

4.5 0.02 HCl 试剂：用移液管将 20mL 1.0 N HCl 溶液至 1 升容量瓶中，用去离子水稀释至 1 升。用 NaOH 标准化。

5 分析方法

5.1 HCO_3^- 和总 CO_2 (pH 小于 8.25 的样品)

5.1.1 用 pH 4.00 和 7.00 缓冲液，根据仪器手册校正 pH/mV 仪表；

5.1.2 将 50mL 样品用移液管移至 150mL 烧杯中，测定 pH 值；

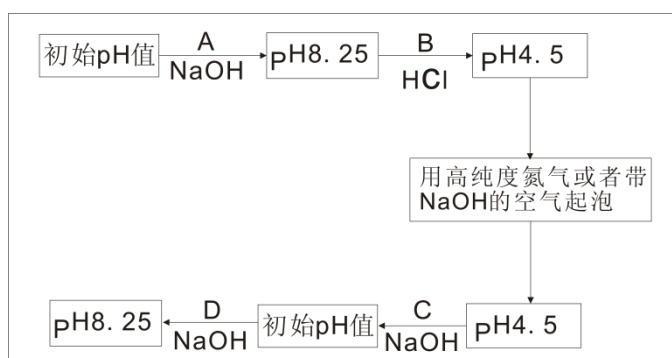
5.1.3 加入 0.10N AgNO_3 溶液至出现白色沉淀物，通过加入 NaOH 或者 HCl 调至原始值；

5.1.4 用 0.02 N NaOH 溶液将 pH 调至 8.25。注意体积标记为 A。滴定过程中保持持续搅拌。

5.1.5 用 0.02N HCl 溶液将其从 pH 为 8.25 滴定到 pH 为 4.5，体积标记为 B，继续加入 HCl 至 pH 为 2-3。用空气或者氮气使样品起泡约 15 分钟，当用空气来去除样品中的溶解气时，大气中的 CO_2 必须通过 6N NaOH 溶液来去除。

5.1.6 通过去溶解气后，将 pH 调整至 4.5，并用 0.02 N NaOH 将其滴定至原始 pH。注意用到的 NaOH 体积记为 C。

5.1.7 继续滴定至 pH 为 8.25，注意，将 pH 从原始值调整至 8.25 用到的 NaOH 体积为 D。



5.2 HCO_3^- 和总 CO_2 (pH 大于 8.25 的样品)

5.2.1 用 pH 4.00 和 7.00 缓冲液，根据仪器手册校正 pH/mV 仪表；

5.2.2 将 50mL 样品用移液管移至 150mL 烧杯中，测定 pH 值；

5.2.3 加入 0.10N AgNO_3 溶液至出现白色沉淀物，通过加入 NaOH 或者 HCl 调至原始值；

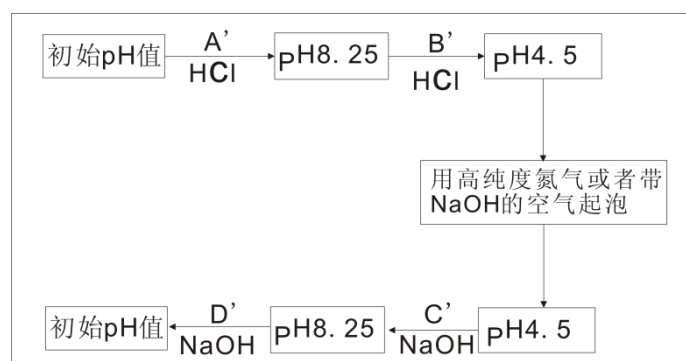
5.2.4 用 0.02 N HCl 溶液将 pH 调至 8.25。注意体积标记为 A'。滴定过程中保持持续搅拌。

5.2.5 用 0.02N HCl 溶液将其从 pH 为 8.25 滴定到 pH 为 4.5，体积标记为 B'，继续加入 HCl 至 pH 为 2-3。

5.2.6 用空气或者氮气使样品起泡约 15 分钟，当用空气来去除样品中的溶解气时，大气中的 CO₂ 必须通过 6N NaOH 溶液来去除。

5.2.7 通过去溶解气后，将 pH 调整至 4.5，并用 0.02 N NaOH 将其滴定至 pH 为 8.25。注意用到的 NaOH 体积记为 C'。

5.2.8 继续滴定至 pH 原始值，注意，将 pH 从 8.25 调整至原始值用到的 NaOH 体积为 D'。



5.3 计算方法

5.3.1 对于 pH<8.25 的样品，计算公式如下式 (1) 和 (2) 所示：

$$HCO_3^-(mg/l) = [(B \cdot N_{HCl}) - (A \cdot N_{NaOH}) - (C \cdot N_{NaOH})] \cdot 61017 / S \quad (1)$$

$$T_{CO_2}(mg/l) = [(B \cdot N_{HCl}) - (C + D) \cdot N_{NaOH}] \cdot 44010 / S \quad (2)$$

5.3.2 对于 pH>8.25 的样品，计算公式如下式 (3)、(4) 和 (5) 所示：

$$HCO_3^-(mg/l) = [(B' - A') \cdot N_{HCl} - (C' - D') \cdot N_{NaOH}] \cdot 61017 / S \quad (3)$$

$$T_{CO_2}(mg/l) = (B' \cdot N_{HCl} - C' \cdot N_{NaOH}) \cdot 44010 / S \quad (4)$$

$$CO_3^{2-}(mg/l) = (A' \cdot N_{HCl} - D' \cdot N_{NaOH}) \cdot 60000 / S \quad (5)$$

其中， N_{HCl} --HCl 滴定的摩尔量 (mol)；

N_{NaOH} --NaOH 滴定摩尔量 (mol)；

S---样品量，mL；

6 质量保证和控制

6.1 确保工作溶液标定准确

- 6.2 分析前要确认得到的斜率在推荐范围之内。
- 6.3 pH7.0 的标准溶液在 25℃毫伏（mv）读数应为 0 ± 0.3 ，pH4.0 的标准溶液的读数应比 PH7.0 的读数大 160 毫伏（mv）。
- 6.4 分析样品前要先测试控制标准溶液 NaHCO_3 和管理样；测完 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，都应检查控制标样，可接受误差极限 $\pm 5\%$ 。
- 6.5 6.5 每测完 5 个样品要检查标准缓冲溶液，与理论标称值的差别应在 $\pm 0.1\text{pH}$ 单位。否则，要重校 pH 计。
- 6.6 每 10 个（或一批即使少于 10 个）样品，要做 1 个重复检查，重复检查的偏差允许 $\pm 15\%$ 。

3.8 HCO₃⁻、CO₃²⁻和OH⁻测定—指示剂滴定法

Determination of carbonate, bicarbonate ions, hydroxy —Titration

（修改自《DZ/T 0064.9—2021》）

1 适用范围

- 1.1 本部分规定了滴定法测定 HCO₃⁻、CO₃²⁻和 OH⁻的浓度。
- 1.2 本部分适用于地热水样中 HCO₃⁻、CO₃²⁻和 OH⁻的测定。
- 1.3 本方法定量限分别为：碳酸根、重碳酸根 5 mg/L，氢氧根 2 mg/L。

2 基本原理

分别用酚酞和甲基橙作指示剂，用盐酸标准溶液滴定水样，根据滴定消耗盐酸标准溶液的体积，分别计算 HCO₃⁻、CO₃²⁻和 OH⁻的含量。

3 材料和仪器设备

- 3.1 滴定台
- 3.2 滴定管，25mL
- 3.3 锥形瓶，250mL
- 3.4 移液管，50mL
- 3.5 吸管
- 3.6 50mL 烧杯
- 3.7 100mL 容量瓶

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

- 4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.2 盐酸（ $\rho_{20}=1.19$ g/mL）。
- 4.3 酚酞乙醇溶液（5 g/L）：称取酚酞 0.5g 置于 50mL 烧杯中，加入适量乙醇溶液，并用玻璃棒搅拌至酚酞完全溶解，将其转移至 100mL 容量瓶，不断用乙醇清洗烧杯并将溶液转移至容量瓶，最后用吸管吸取少量乙醇定容至 100mL 刻度线。摇匀。

4.4 甲基橙溶液 (0.5 g/L)：称取甲基橙 0.05 g 置于 50mL 烧杯中，加入适量纯水，并用玻璃棒搅拌至甲基橙完全溶解，将其转移至 100mL 容量瓶，不断用纯水清洗烧杯并将溶液转移至容量瓶，最后用吸管吸取少量乙醇定容至 100mL 刻度线。

4.5 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.05 \text{ mol/L}$]

4.5.1 配制：吸取盐酸 (4.2) 4.2 mL 与纯水混合并稀释到 1 000 mL，其准确浓度用基准碳酸钠标定。

4.5.2 标定：称取 3 份经 250 °C 烘干 4h 的无水碳酸钠 0.1 g~0.2 g (优级纯，准确至 0.0002 g)，分别放入三个 250 mL 三角瓶中，加 50 mL 纯水溶解，加入甲基橙指示剂 (4.4) 4 滴，用盐酸溶液 (4.5) 滴定到溶液由黄色突变为橙色即为终点。记下消耗盐酸溶液的体积 (V)。

4.5.3 按公式 (1) 计算盐酸溶液的浓度：

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{V \times 53} \times 1000 \quad (1)$$

式中：

$c(\text{HCl})$ - 盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m - 称取基准碳酸钠的质量，单位为克 (g)；

V - 消耗盐酸标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

53.0 - 与 1.00 mL 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以毫克表示的碳酸钠质量。

5 分析方法

5.1 用移液管吸取水样 50.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，用吸管加入酚酞溶液 (4.3) 4 滴，如出现红色，则用盐酸标准溶液 (4.5) 滴定到溶液红色刚刚消失。边滴定边轻摇锥形瓶，确保滴定过程混合均匀。记录消耗盐酸标准溶液的毫升数 V_1 。

5.2 在 5.1 步骤测定后的溶液中，继续加入甲基橙溶液 (4.4) 4 滴，用盐酸标准溶液 (4.5) 滴定到溶液由橙黄色突变为橙红色，记录消耗盐酸标准溶液的毫升数 V_2 。

5.3 计算方法

5.3.1 当 $V_1 > V_2$ 时，表明有 CO_3^{2-} 和 OH^- 存在，无 HCO_3^- 存在。此时：

$$\rho(\text{OH}^-) = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 17.01}{V} \times 1000 \quad (1)$$

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{c \times 2V_2 \times 30.01}{V} \times 1000 \quad (2)$$

5.3.2 当 $V_1 = V_2$ 时，表明有 CO_3^{2-} 而无 OH^- 和 HCO_3^- 存在。此时：

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{c \times 2V_1 \times 30.01}{V} \times 1000 \quad (3)$$

5.3.3 当 $V_1 < V_2$ 时，表明有 HCO_3^- 和 CO_3^{2-} 存在，没有 OH^- 。此时：

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{c \times 2V_1 \times 30.01}{V} \times 1000 \quad (4)$$

$$\rho(\text{HCO}_3^-) = \frac{c \times 2(V_2 - V_1) \times 61.02}{V} \times 1000 \quad (5)$$

5.3.4 当 $V_F=0$ 时, 表明仅有 HCO_3^- 存在。此时:

$$\rho(\text{HCO}_3^-) = \frac{c \times 2V_2 \times 61.02}{V} \times 1000 \quad (6)$$

5.3.5 当 $V_F=0$ 时, 表明仅有 OH^- 存在。此时:

$$\rho(\text{OH}^-) = \frac{c \times V_1 \times 17.01}{V} \times 1000 \quad (7)$$

式中:

$\rho(\text{OH}^-)$ -水中氢氧根的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

$\rho(\text{CO}_3^{2-})$ -水中碳酸根的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

$\rho(\text{HCO}_3^-)$ -水中重碳酸根的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

c -盐酸标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_1 -用酚酞作指示剂时, 滴定消耗的盐酸标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 -用甲基橙作指示剂时, 滴定消耗的盐酸标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V -所取水样体积, 单位为毫升 (mL);

17.01-与1.00 mL 盐酸标准溶液[$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以毫克表示的氢氧根离子质量;

30.01-与1.00 mL 盐酸标准溶液[$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以毫克表示的碳酸根离子质量;

61.02-与 1.00 mL 盐酸标准溶液[$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以毫克表示的碳酸氢根离子质量。

6 质量保证和控制

6.1 同一实验室, 测定含有 250.6 mg/L 重碳酸根离子的水样 6 次, 其相对标准偏差为 1.2%。

6.2 每批样品随机抽取 20%的试样作为检查分析样。

3.9 SiO₂测定-原子吸收法（AAS）

Determination of SiO₂- Atomic absorption spectrometry Method

1 适用范围

1.1 本方法含盖了用原子吸收分光光度计（AAS）测定经过滤酸化（pH1.2-1.5）的普通地下热水中二氧化硅的方法。

1.2 测定范围：利用 250.7nm 波长的光可测定 SiO₂浓度范围是 50-500mg/L。

1.3 在氢氟酸，硼酸和钾的存在高于 1%的显著水平时二氧化硅的吸收严重缺失。调节火焰至化学计量焰可以是这种缺失最小化，但伴随的是灵敏度损失。

2 基本原理

对火焰原子吸收分光光度计（AAS），样品被吸入火焰和原子化器后。光束直接通过火焰进入单色仪，同时光的强度被原子化的元素吸收在检测器中被测量。一些金属元素原子吸收的灵敏度优于火焰发射。由于每一种元素都有其特征吸收波长。因此要使用与其相配的灯源，这样就是其避免了光谱和辐射干扰。在极限浓度范围内，在火焰中被吸收的特征谱线的能量和样品中元素的浓度成比例。

3 材料与设备

3.1 原子吸收分光光度计（AAS）

3.2 硅空心阴极灯

3.3 容量瓶，50mL、100mL 和 200mL

3.4 移液管 2-10mL

3.5 500mL 塑料瓶

3.6 滤纸，Whatman 42 号

3.7 稀释样品的自动泵

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 浓硝酸 HNO₃

4.3 纯度不低于 98.%的乙炔气

4.4 乙炔罐中要有丙酮存在。当乙炔压力低于 80psig 时可以避免一系列的危险情况。

- 4.5 压缩空气要经过相配的洗气装置出去油污水汽和其它杂质。
- 4.6 氧化亚氮气纯度不低于 99.2%。
- 4.7 氧化亚氮气瓶要装有专用调节器或可加热的外包装以防止氧化亚氮气冷凝在燃烧器头出现倒灌。
- 4.8 酸化去离子水：每 500mL 二次去离子水加入 10mL 浓硝酸。
- 4.9 酸化的 1000mg/L 硅储备液：可以购买有资质证明的硅标准溶液，也可以按下列方法制备。在白金坩埚以 2g 碳酸钠熔融 0.2139g 二氧化硅，以二次水溶解并转移至 100mL 容量瓶，以酸化的二次水稀释至刻度，摇匀。

5 分析方法

- 5.1 按仪器使用手册优化仪器，详情参阅仪器操作手册安全指南。
- 5.2 用二次水清洗稀释样品的自动泵 15 分钟，清除系统的污染物。
- 5.3 以 4 个标准溶液制备校正曲线，用最高标准检查灵敏度和稳定性，（例如：在波长 250.7nm 处，240mg/L 吸光度应达到 0.2）。
- 5.4 吸收强度稳定后测空白吸收值，（借助稀释样品的自动泵，）从低到高测定吸收值扣除空白吸收值，手工制备校正曲线。如果有自动稀释程序，可以在清洗阶段，设置。
- 5.5 如果没有自动清洗系统，可以配置标准 100、200、300、400 和 500mg/L，制备标准曲线。

测试 1 个监控样或标准和 14 个样品。每测完一个样品后，都要清洗系统。

- 5.6 当样品浓度超过校正曲线范围时，要使用自动稀释系统，如果稀释系统未安装，则要配置合适的标准溶液。测完 14 个样品后，重新校正曲线。
- 5.7 参照校正曲线计算 SiO_2 浓度 mg/L，用这个公式计算 SiO_2 含量，mg/L $\text{SiO}_2 = 2.14 * \text{Si 浓度 mg/L}$ 。对于稀释样品计算 SiO_2 浓度原始 mg/L： $\text{mg/L SiO}_2 = 2.14 * \text{Si 浓度 mg/L} * \text{稀释因子}$ 。上式中 2.14 为硅转化为二氧化硅的重量因子（换算系数）。

6 质量保证和控制

- 6.1 所有样品必须预先过滤酸化，以保持溶液中二氧化硅的状态。
- 6.2 分析中要带试剂和样品空白。
- 6.3 标准溶液浓度要涵盖样品浓度并在曲线工作范围内，必要时稀释样品。吸光度应在仪器操作手册的可接受的工作范围内。
- 6.4 检查标准曲线稳定性要 $< 0.1\%$ 。
- 6.5 分析样品前，要先分析管理控制标样，控制标样要在校正曲线上均匀分布，测定值和已知值的偏差要 $< 5\%$ 。
- 6.6 每分析 14 个样品要重新校正仪器。校正仪器后重新测定管理控制标样，检查测定值与已知值的偏差，如果超差，要重新制备标准曲线。

6.7 每测 5 个样品(或者一批即使不到 5 个)要抽出一件样品做标准加入回收。加入回收率应在 95-105% 之间, 否则整批样品要重做。

3.10 SiO₂测定-电感耦合等离子体-原子发射光谱法（ICP-AES）

Determination of SiO₂- Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry Method

1 适用范围

1.1 本方法可测定酸化的地热水样。

1.2 本方法利用 251.611nm 波长测定浓度为 0.005–250mg/L 范围的 SiO₂。

1.3 主要干扰源是光谱干扰，非光谱干扰和化学干扰。选择重叠最少的发射线可以限制光谱干扰，标准和样品的基体一致可以限制非光谱干扰和化学。

2 基本原理

ICP-AES 以高频电感耦合等离子体为激发光源。样品溶液被喷成雾状并随工作气体进入内管，穿过等离子体核心区，被解离为原子或离子并被激发，根据特征光谱线对元素进行定性分析，根据光谱线的强度与试样中相应元素的含量成正比进行定量分析。

3 材料与仪器设备

3.1 电感耦合等离子原子发射光谱（ICP-AES）

3.2 容量瓶，1000mL, 100mL,

3.3 移液管 2–20mL

3.4 聚乙烯试管

3.5 塑料试剂瓶 1L 和 250mL

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的优级纯或基准试剂。

4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 浓硝酸 HNO₃

4.3 纯度不低于 99.995%的氩气

4.4 1000mg/L 硅储备液：溶解 10.1190g 硅酸钠 Na₂SiO₃·9H₂O 于含有 50mL 浓硝酸的 700mL 去离子水中，转移溶液至 1L 容量瓶中用去离子水稀释至刻度，摇匀。储存于塑料瓶中。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/467005026164006042>